

64

|  |                                  |
|--|----------------------------------|
| 87-062794/09<br>COMB PETROCH BORZES (CHBU-)<br>18.04.85-RO-118438 (30.09.86) C08f-02/16 C08g-69/24<br>High mol. wt. polyvinyl pyrrolidone prepn. in aq. soln. - is initiated by azo-bis-butynitrile dissolved in monomer, followed by addn. of water and heating<br>C87-026497 | PETR- 18.04.85<br>*RO --90-406-A |
|--|----------------------------------|

A(4-D4, 8-S2, 10-B4) E(10-A15A)

PVP. having a high mol. wt. and K-value of 85-95, is prepd. by polymerisation in aq. soln. in monomer: water ratio of 1:(3.5-4). In the presence of azoisobutyronitrile as initiator. The initiator is dissolved initially in N-vinyl pyrrolidone, with little stirring, for 15-30 min. Water is then introduced. The reaction medium is heated to 60-70 deg. C according to the desired K-value, for 2.5 hrs.

DERWENT PUBLICATIONS LTD.

BEST AVAILABLE COPY

REPUBLICA  
SOCIALISTA  
ROMANIA



CONSILIUL NAȚIONAL  
PENTRU  
ȘTIINȚA ȘI TEHNOLOGIE

OFICIUL DE STAT  
PENTRU  
INVENȚII ȘI MĂRCI

O. S. I. M.  
COLECȚIA — RU  
Nr. Inv. 47792

Grupa : 12

(11) DESCRIEREA INVENȚIEI 90406

(61) Complementară la invenția nr. :

(21) Dosar nr. : 118438

(22) Data înregistrării : 18.04.85

(30) Prioritate convențională :

(32) Data :

(33) Țara :

(31) Certificat nr. :

(45) Data publicării : 30.09.86

(51) Int. Cl. : C 08 G 69/24 ;  
C 08 F 2/16

(71) Solicitant :

Institutul de Cercetări Chimice,  
Centrul de Cercetări  
pentru Materiale Plastice,  
București

(72) Inventator :

Ing. Creangă Mihaela Rodica,  
dr. Ing. Deaconescu Ion,  
Ing. Stănescu Margareta,  
Ing. Topciu Elena,  
sing. Stane Aurelia,  
București,  
Ing. Băncilă Virgiliu,  
municipiul Gheorghe  
Gheorghe-Dej,  
Județul Bacău

(73) Titular :

Combinatul Petrochimic,  
Borzești,  
municipiul  
Gheorghe-Gheorghe-Dej,  
Județul Bacău

(54) Procedeu de obținere a polivinilpirolidonei

Prezenta invenție se referă la un procedeu de obținere a polivinilpirolidonei cu masă moleculară ridicată utilizată ca stabilizator al suspensiilor polimere și de coloranți, la stabilizarea băuturilor și sucurilor de fructe, ca îngroșător pentru soluțiile apoase și alcoolice, ca liant în industria ceramică, la tratarea firelor de sticlă etc.

Se cunosc procedee de obținere a acestui polimer prin introducerea inițiatorului în mai multe trepte în cursul reacției sau prin conducerea reacției în trepte diferite de temperatură. Dezavantajele procedeelor cunoscute, constau în aceea că se complică modul de conducere a reacției, influențează omogenitatea produsului în ce privește distribuția maselor moleculare, iar durata reacției este mai mare.

Scopul prezentei invenții este obținerea polivinilpirolidonei cu distribuție îngustă a maselor moleculare, stabilitate termică mărită și cu conținut redus de monomer rezidual.

Problema pe care o rezolvă invenția este realizarea reacției la o temperatură constantă într-un interval de timp mai scurt.

Procedeul, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate mai sus prin aceea că inițial se dizolvă complet 0,2... 0,5 părți în greutate inițiator azoizobutironitril în N - vinilpirolidonă sub agitare mică, timp de 15...30 min, apoi se introduce apa, se intensifică agitarea și reacția se conduce la temperatură de 60... 70°C în funcție de valoarea K dorită, timp de 2 h și 30 min.

Se dau, în continuare, 3 exemple de realizare a procedurii conform invenției.

Exemplul 1. Într-un reactor de sticlă de 1 l, cu manta, prevăzut cu dispozitiv de agitare cu variator de turație, cu refrigerent de reflux și termometru, se introduc 140 g de N-vinilpirolidonă, 0,7 g azoizobutironitril și 560 g apă demineralizată. Amestecul de reacție se agită cu

BIBLIOTECA

OFICIUL DE STAT

PREȘI AMPLIABLE COPY

o viteză de 250 tur/min și se încălzește la 70°C, sub curent de azot. La atingerea temperaturii de 70°C se mărește agitația la 750 tur/min și se continuă reacția, timp de 2 h și 30 min, după care conținutul reactorului se răcește la temperatura mediului ambiant. Soluția de polimer are resturi de inițiator nedizolvat și conține 19,8% polivinilpirolidonă.

Polimerul uscat este o pulbere albă, are valoarea K de 85 (soluție 1% în apă distilată la 20°C) și un conținut de 0,07% monomer rezidual.

**Exemplul 2.** În aceeași instalație din exemplul 1 se introduc 140 g de N-vinilpirolidonă și 0,4 g azoizobutironitril. Amestecul se omogenizează sub curent de azot și agitare de 250 tur/min, timp de 15 min, după care se adaugă 560 g de apă demineralizată. Apoi amestecul de reacție se încălzește la temperatura de 70°C și se menține timp de 2 h și 30 min sub agitare de 750 tur/min, după care se răcește la temperatura mediului ambiant. Soluția de polimer este omogenă fără resturi de inițiator nedizolvat și conține 19,85% polivinilpirolidonă. Polimerul uscat este alb, are valoarea K de 85 și un conținut de monomer rezidual de 0,06%.

**Exemplul 3.** În aceeași instalație din exemplul 1 se introduc 140 g de N-vinilpirolidonă și 0,6 g azoizobutironitril. Amestecul se omogenizează sub curent de azot și agitare de 250 tur/min, timp de 30 min, după care se adaugă 490 g apă demineralizată. Apoi amestecul de reacție se încălzește la temperatura de 60°C și se menține timp de 2 h și 30 min sub o agitare de 750 tur/min, după care se răcește la temperatura mediului ambiant. Soluția de polimer este omogenă

fără resturi de inițiator nedizolvat și conține 22% polivinilpirolidonă. Polimerul uscat este alb, are valoarea K de 95 și un conținut de monomer rezidual de 0,07%.

Avantajele procedurii, conform invenției, constau în aceea că :

— permite sintetizarea polivinilpirolidonei cu masă moleculară ridicată într-un mod foarte simplu și economic atât în ce privește consumul de inițiator, cât și consumul energetic ;

— permite obținerea unui polimer cu caracteristici superioare, distribuție îngustă a maselor moleculare, stabilitate termică mărită și un conținut redus de monomer rezidual.

#### Revendicare

Procedeu de obținere a polivinilpirolidonei cu masă moleculară ridicată și cu valoare K cuprinsă între 85 și 95, prin polimerizare în soluție apoasă în raport monomer : apă de 1 : 3,5...4, caracterizat prin aceea că, în scopul obținerii unui polimer cu distribuție îngustă a maselor moleculare, stabilitate termică mărită și un conținut redus de monomer rezidual, inițial se dizolvă complet 0,2...0,5 părți în greutate inițiator azoizobutironitrilul în N-vinilpirolidonă sub agitare mică, timp de 15...30 min apoi se introduce apa, se intensifică agitația și reacția se conduce la temperatura de 60...70°C, în funcție de valoarea K dorită, timp de 2 h și 30 min.

(56) Referințe bibliografice

Chemical Abstracts, 86 : 156035 b

Președintele comisiei de invenții : Ing. Voicu Alexandra

Examinator : dr. biolog Grunca Dumitra